

VÁLASZ

Csanády Andrásnének, az MTA doktorának az
„OXIGÉN ÉS SZÉN REAKCIÓK, VALAMINT FÉMES NYOMELEMEK HATÁSAI
DISZPERZIÓSAN KEMÉNYÍTETT VOLFRÁMÖTVÖZETEK MECHANIKAI
TULJADONSÁGAIRA”

című MTA doktori értekezésemről adott bírálatára

Köszönöm Csanády Andrásnének, az MTA doktorának, szakmai tevékenységem méltatását és értekezésem gondos bírálatát. Gondolatébresztő kérdéseire és megjegyzéseire örömmel adtam választ. Kérdéseit hálásan köszönöm.

I. TÉZIS

I. TÉZIS 4. PONTJA

Mertinger professzor kérdései alapján az I. tézis 4. pontjának következő átfogalmazását javasolom.

Először arról győződtem meg, hogy a vizsgált huzaltételből készített minta palástján a Γ von Mises deformáció homogén egy olyan hosszú szakaszon, amelyik a huzal átmérőjének legalább a tízszerese. Majd a szakasz 10 helyén határoztam meg a repedéscsírák számát SEM felvételek $150 \mu\text{m}^2$ -es területén. Ezekből az adatokból a statisztikus képelemzés standard módszereivel számítottam ki a repedéscsírák felületi sűrűségének $N_s(\Gamma)$ átlagértékét (Gaal és Bartha, A2008).

Megjegyzés

A Γ_C torziós alakítási határ Γ_K alsó határát a következő módon határoztam meg. $N_s(\Gamma)$ értékét ugyanazon a mintán mértem meg a ($\Gamma_1 < \Gamma_2$) választással először Γ_1 majd Γ_2 torziós deformáció után. Γ_C becsült értékét Γ_1 és Γ_2 értékéből számítottam ki, az $N_s(\Gamma) = \chi \cdot (\Gamma - \Gamma_C)$ feltételezéssel (v.ö, 4.2 ábra). Majd Γ_C becsült értékét **lefelé** egy értékes jegyre kerekítve kaptam meg Γ_K -t, a határalakítás várt alsó határát. Ezek után a vizsgált huzaltételből új mintát készítettem és azt a Γ_K mértékben csavartam meg. Az új minta negyven helyén 1000-szeres nagyításban, $150 \mu\text{m}^2$ -es palást-felületen kerestem repedéscsírát. Ha egy helyen sem találtam repedéscsírát, vagy mély repedést, akkor a Γ_K -t tekintettem Γ_C alsó határának. (A 4.2 táblázatban Γ_K értéke szerepel.)

I. TÉZIS 5. PONTJA

Az I. tézis 5. pontjának újdonság-értéke szerintem a következő.

Ismert, hogy számos képlékeny hengeres test szobahőmérsékleti torziós deformációja után a mintát leterhelve a maradó alakváltozás mellett elsőrendű belső feszültség és anelasztikus alakváltozás marad vissza. Az AKSW huzalokon ez a jelenség a következők miatt érdemel figyelmet. Ha $173 \mu\text{m}$ -es, 1800 K -en lágyított huzalt szobahőmérsékleten csavarunk, akkor a szemcseszervezet méretének alig kimutatható változása mellett a csavart huzalt 1300 vagy 1800 K -en izzítva a belső feszültség markáns csökkenését várhatjuk, mert ebben a hőmérséklet intervallumban a diszlokációk mozgását szobahőmérsékleten akadályozó 600 MPa -os Peierls feszültség már nem hat. A folyáshatárnak ez a markáns csökkenése a belsőfeszültség jelentős csökkenését teszi lehetővé. Mivel ezt a hatást AKSW huzalokon ismereteim szerint eddig nem vizsgálták, az I. tézis 5. pontját újdonság-értékűnek tartom.

Az I. tézis 5. pontjának következő átfogalmazását javaslom.

AKSW huzalok szabadvégű csavarására olyan berendezést konstruáltam, amelyben a szobahőmérsékleti csavarás és az azt követő leterhelés után a huzalt magában az ingában lehetett nagyvákuumban átmenő árammal izzítani, és ez alatt a huzal visszacsavarodását indikátorkar mérte (v.ö. 2.4 pont 15. oldal.)

180 μm -es AKSW huzalokat 1800 K 30 percig 10^{-7} mbar maradéknnyomású vákuumban izzítottam, majd $\Gamma=0.5$ mértékű szobahőmérsékleti deformáció után megvártam a rugalmas alakváltozás és az anelasztikus hatások szobahőmérsékleti lecsengését. Ez után a huzalt 1300 K-re fűtve, a relaxációs hatások miatt, a huzal csavartsága 300 s alatt $\Gamma=5.6 \cdot 10^{-3}$ von Mises deformációval csökkent, majd a huzalt 1800 K-en izzítva, 500 s alatt a huzal végállapotát $\Gamma=2.7 \cdot 10^{-3}$ von Mises deformáció után érte el folyamatosan csökkenő sebességgel (Gaal és Cs. L. Tóth, A1998).

II. TÉZIS

A bírálóknak a **II. tézissel** kapcsolatos három kérdésért azért taglaltam részletesebben, mert azok a fényforrás orientált volfrámgyártás olyan kérdéseit vetik fel, amelyeket a publikációk ritkán érintettek.

1. MINŐSÍTÉSI ÉS MINŐSÉGBIZTOSÍTÁSI KÉRDÉSEK

1.1 Bevezetés

Ismeretes, hogy az AKSW technológia dróthúzása során a termék minőségét két huzal méretben kontrollálják. Az első méret 1mm körül van, a második méret 390 és 173 μm közé esik. A második minősítési átmérő függ az alkalmazott termomechanikus alakítástól. Ebben a minősítésben a szokásos huzal-átmérők a következők: 390 μm , 205 μm , 180 μm , és 173 μm .

Miért érdemel különleges figyelmet az AKSW technológiában durvahúzás végméretes huzaljának a minősítése?

(i) Ennél az átmérőnél alakul ki egy adott technológiában a kálium zárványoknak az a méreteloszlása és a „kálium buborék-soroknak” az a morfológiája és eloszlása, amelyik egy viszonylag diszlokáció-szegény, mikronos keresztmetszetű „rostos” szerkezet stabilitását az 1300 K-es 15 perces izzítástól (2.2 ábra jobb TEM felvétel) egészen a szekunder rekrisztallizáció megindulásának T_R hőmérsékletéig biztosítja ($T_R > 2000$ K). **Röviden: ebben a tesztben vesszük először észre a káliumos adalékolás hatékonyságát.**

Megjegyzés: A szekunder-rekrisztallizáció hőmérsékletét ma **rekrisztallizációs** hőmérsékletnek nevezik. Ugyanis a **primér-rekrisztallizációról** kiderült, hogy ebben a hőkezelésben nem rekrisztallizációról hanem **egyenletes szemcsedurvulásról** van szó. Ezt a szemcsedurvulást a szemcsehatárokat borító diszlokáció-felhő felbomlása kíséri (2.2 ábra). Ezért ma 2200 K felett szekunder-rekrisztallizáció helyett egyszerűen rekrisztallizációról szoktak beszélni.

(ii) Ez a huzalméret nemcsak az (i) sajátosság miatt hasznos a selejt megállapítására. Lényeges az is, hogy a porgyártástól a durvahúzás végéig tartó gyártási költség csak 20%-a a spirálvezető gyártás költségének. A selejt korai feltárása tehát lényegesen csökkenti a selejtből eredő pénzügyi veszteséget.

(iii) Az AKSW huzalokból a klasszikus időkben durván 3000-féle spirált gyártottak. Ezért volt érdemes a spiralizásra kerülő végméretes huzal gyártását önálló gyáregységre bízni.

(iv) A kisebb fényforrás gyárak ezekben a méretben vásárolták meg az AKSW huzalt a nagyobb cégektől. (A TUNGSRAM is ezek közé a nagyobb cégek közé tartozott.). Mivel a második minősítési átmérőjű huzalokról szóló cikkek reklám-értéke jelentős volt, érthető, hogy ebben a méretben a nagyobb cégek titoktartási mércéje is enyhébbnek bizonyult.

1.2 A második huzalminősítési méret tradicionális minősítési paraméterei

Részletes és nyilvános ismeretem arról van, hogy a **Toshiba technológia** 1985-ös magyar megvásárlása után 1989-ben a TUNGSRAM-nál milyen paramétereket használtak azoknak a 180 μm -es átmérőjű AKSW huzaloknak a minősítéséhez, amelyek a 12 voltos, H4 jelű, halogén-adalékos gépkocsi fényszórók spiráljainak gyártását szolgálták (Mészáros és mtsai, 1989 és 1990).

Mészáros és mtsai két huzalfaját hasonlítottak össze. Az **A** típust tradicionálisan háztartási lámpák spiráljainak gyártására használták, míg a **B** típust halogén adalékos izzólámpák céljára fejlesztették ki. (A szinterelt rúdból a kétfajta 180 μm -es huzalt azonos termomechanikus alakítással gyártották.)

A két huzal minősítési paraméterei a következők voltak.

- (a) A **rekrisztallizált huzal szemcseméretét** 8.75 és 5.85 mm-es méretben ellenőrizték. A két méretben az **A** huzal szemcsemérete 5%-kal volt nagyobb, mint a **B** huzalé.
- (b) A **két huzal makrorepedéseit** 180 μm -es huzalméretben örvényáramos módszerrel vizsgálták. Egyik huzalon sem voltak makrorepedések.
- (c) Előírt hőkezelési út mellett, előírt hőmérsékleten végzett **kúszási tesztben** (Yamazaki Sh, **Toshiba Co.**, 1989) a kétfajta 390 μm -es huzal kúszási jellemzői alig tértek el egymástól. (A **B** huzal jellemzője 1%-kal volt jobb, mint az **A** huzalé.).
- (d) Az **A** és **B** mintára a 390 μm -es méretben a következő jellemzők voltak azonosak:
 - a „szekunder-rekrisztallizáció” kezdeti hőmérséklete,
 - a „szekunder-rekrisztallizált” szemcseszerkezet alak-jellemzője,
 - a szobahőmérsékleti szakítóvizsgálat szakítószilárdsága.
- (e) A **B** ill. A huzal **K** tartalma 64 ill. 65 $\mu\text{g/g}$ volt.
- (f) A huzalok **Si, Al, Fe, Cr, Ni, Cu** tartalma a megkövetelt 10 $\mu\text{g/g}$ alatt maradt.
- (g) A huzalok **O, C, N és H tartalmát nem mérték.**

A gépkocsit gyártó japán cégek előírásainak megfelelően a kész lámpát 25 Hz-en 5g gyorsulással rázták. Az **A** és **B** típusú huzalból gyártott mellék-spirálok egyike sem hajlott le az intervallum-tartók között, míg a fényvisszaverő tükör felett elhelyezett főspirálok közül a **B** típusú 500 óra alatt sem hajlott be, míg az **A** típusú főspirál 2 mm-es behajlást szenvedett 20 óra alatt.

Az **A** főspirál szemcsehatár menti töretein mikronos méretű üregek képződtek 10 üzemóra alatt, míg a **B** főspirálban 500 üzemóra után is csekély mértékű volt a kavitáció. (A spirálokat szobahőmérsékleten a huzal tengelyével párhuzamosan törték fel.)

Összefoglalva: a tradicionális minősítés nem volt alkalmas arra, hogy a halogén-adalékos gépkocsi lámpák gyártására alkalmas és alkalmatlan AKSW huzalokat a huzalminősítés második lépcsőjében egymástól megkülönböztesse.

Mészáros és mtsai vizsgálatukból a következő tanulságot vonták le.

- (i) A két huzal közötti különbség várhatóan a porgyártási és szinterelési lépcsőkből ered.
- (ii) **Remélték**, hogy SEM fraktogáfiával sikerül majd olyan tesztet kialakítani, amellyel a 180 μm -es huzalon is meg lehet már állapítani, hogy jól megválasztott műveletekkel lehetséges lesz-e egy adott huzaltételből rázásálló spirált gyártani.

1.3 A második huzalminősítési méret minősítési paramétereinek bővítése

Bővítés és bővítési igény sorozat-mérésre alkalmas minősítési paraméterekre

- (i) Ismereteim szerint Walter (GE Co.) publikus eredményei alapján 1990 után hasznos minősítési paraméterré vált az 1800 K-en végzett szakító vizsgálat. Ennek oka a következő.

Ismert, hogy az 1800 K 15 perces előhőkezelés után az 1800 K-en mért szakítási görbét a rostátmérő szabja meg, míg a rostátmérőt a kálium-buborék-sorok radiális távolsága szabja meg. A Walter-teszt tehát részben kúszási teszt is, mert a buborék-sorokról is információt ad.

- (ii) A tradicionális minősítési paraméterek közül szemet-szúróan hiányzik az AKSW huzal oxigén és szén tartalmának meghatározása. Ma az oxigén-szintet a nagy-vákuumban végrehajtott és alkalmas program szerinti izzítás alatt fellépő kigázosítással mérik. (A detektor tömegspektrométer.) Ez a mérés kevésbé látszik alkalmasnak üzemi sorozatmérésre, az eljárás inkább laboratóriumi használatra való. A káros C és O szint üzemi felismerésére továbbra is a mechanikai méréseket kell majd alkalmazni.

Salamon András neutron-aktivációs analízissel végzett O meghatározása $6\mu\text{g/g}$ alatti oxigén szintet mért az általunk 10^{-6} mbar háttérnyomású vákuumban oxigén-szegényre izzított mintákban. Salamon azonban az aktivált oxigénszintbe belemérte a kényszerű egy hónapos szobahőmérsékleti tárolás alatt keletkezett felületi WO_x réteg oxigén tartalmát is, ami az oxigén szint $2\mu\text{g/g}$ -os felülbecslésével járhatott (Warren és mtsai, 1996). A Salamon András által mért oxigén szint összhangban van az AKSW huzalokról publikált néhány adattal.

1.4 A klasszikus paraméterek revíziója

A tradicionális minősítés a kúszásálló nagykristályos minőséget ahhoz kötötte, hogy mennyire hullámos az a szemcsehatár-szakasz, amelyik az egy vagy két szemcséből álló hosszú huzalszakaszokat összeköti (F2.1 és F2.2 ábra). Ismeretes, hogy a szemcsehatárok csúszása a szemcsehatár-diszlokációk mozgását igényli, és ezek mozgását egy kritikus feszültség alatt a kálium-zárványok hatékonyan akadályozzák meg (v.ö. Pink és Gaal A1989). Ezért ma a bambusz-strukturákban látjuk (F2.3 ábra) az előnyös nagykristályos szerkezetet. A halogén lámpákat a hazai gyártás is ilyen szerkezetű spirálokkal készíti.

1.5 Minőségbiztosítási mérések

Az előzőekben a gyártási tételek minősítésére alkalmas eljárásokat soroltam fel. Alapvető azonban a selejt okának felderítése is, ami már a minőségbiztosítás feladata. Ez a feladat sokszor hosszú laboratóriumi időt igényel és költségesebb módszerek alkalmazását kívánja meg.

- (i) Az oxigén és a szén, valamint a kén és a foszfor káros hatásait ismerve az MFKI-ban és az MFA-ban Menyhárd Miklós ezeket a szennyezőket AES-val mérte. Alapvető volt, hogy a huzalt az AES kamrában 77 K-en hasította, hogy megakadályozza a kálium szétterülését a töreten. Ezt azért kell elkerülni, mert a néhány monorétegnyi kálium elfedi a káros szennyezők Auger jelét (Kele és mtsai A1978, Menyhárd 1981). Ezt a vizsgálatot két évtizeden keresztül Menyhárd Miklós osztálya végezte a Tungsram részére is.
- (ii) Lipták László a W-K-Al-Si rendszer oxigén felvételét és oxigén leadását az elektromos többletellenállás mérésével követte (v.ö. 5.3 alpont). A Tungsram megrendelésére több külföldi és hazai huzaltételt vizsgálta meg. Egy tételből 10-20 véletlenszerűen kiválasztott 1 méteres mintát vizsgált. Az 1 méteres minta 3 db. 10 cm-es szakaszát mérte, és így adott képet a huzal O, Al, és Si inhomogenitásáról.
- (iii) A 12 voltos H4 lámpa fő- és melléspiráljának eltérő viselkedése arra mutat, hogy a főspirál mögött álló tükör befolyásolja volfrám környezetének gázreakcióit, és ez a hatás vélhetően közrejátszik a spirál üregesedésében is. Ez a feltételezés engem arra vezetett, hogy osztályomon a kényes hőkezeléseket ne 10^{-7} mbar $\text{P}(\text{O}_2)$ háttérnyomáson, hanem AES kamrában 10^{-10} vagy 10^{-12} mbar háttérnyomáson végezzük.

- (iv) A selejt-okok kiderítésében segít az egyenes huzalok $1\mu\text{m}/\text{m}$ felbontású kúszási görbéinek állandó és ciklikusan változó terhelés melletti mérése is. Ezt a várakozást Harmat Péter (1989) mérései teljes mértékben igazolták. Harmat Péter rámutatott arra is, hogy a kúszási atmoszféra oxigénaktivitásának szigorú kontrollja nélkül nem kapunk reprodukálható kúszási jelleg-görbéket. (A nagyfelbontású kúszásmérést a Plansee AG 2001-ben vezette be.)
- (v) 1990-ig a SEM felvételeket **Tungsrám** számára is az MFKI készítette. Az AKSW tárgyú TEM felvételek 2005-ig Magyarországon csak az MFKI-ban ill. az MFA-ban készültek
- (vi) Harmat Péter kezdeményezte a kis-szögű neutron-diffrakció alkalmazását a kálium buborékokból álló zárványsorok képződési mechanizmusainak tisztázására. (Ezt a munkát az OSRAM-SYLVANIA GmbH finanszírozásával sikerült kibővíteni.) Az eredmények lényeges átformálták azt a modellt, amelyet egyszerűsített kontinuum-mechanikai megfontolások alapján állítottak fel az 1970-es években (Harmat és mtsai, 2002).
- (vii) A szobahőmérsékleti **torziós** ciklikus deformáció alkalmazásának előnyeit a „II. tézis anyagtudományi kérdései” című fejezetben mutatom be. (Egy ciklikus **hajlításon** alapuló minősítési módszert a Plansee AG 2001-ben **vezetett** be.)

2. A HUZAL JELLEMZŐIRE VONATKOZÓ KÖVETELMÉNYEK

Az 1990 és 2000 közötti fejlesztések nem érintették a második huzalminősítés alapvető vonásait. Kivétel volt a nagykristályos kúszásálló szemcseszerkezet morfológiai jellemzőinek gyökeres revíziója.

Az izzólámpák fénykorában közel 3000 fajta spirált gyártottak. A gyártandó spirálok minőségi paramétereit szükségszerűen a piacképes fényforrások igen változatos követelményei szabták meg. Röviden: a volfrámgyártás akkor tudta a spirált eladni, ha a keresett fényforrásokhoz képes volt alkalmas spirált kifejleszteni.

Az AKSW spirál 2008 előtt volt az izzólámpák és a gáz-kisülésen alapuló lámpák alapvető szerkezeti eleme. Hosszú távon AKSW spirálokat csak a nagy-intenzitású pontszerű fényforrások és a spektrál-lámpák gyártása igényel. (Ismereteim szerint egyetlen olyan ultranagy-intenzitású gázkisülő fényforrás-típus van, amelyben az elektród zónaolvasztott volfrám.)

3. AZ ELMÚLT ÖTVEN ÉV VÁLTOZÁSAI

Az AKSW termékek gyártási paramétereit a halogén adalékos izzólámpák követelményei akkor alakították át gyökeresen, amikor az 1970-es és 1980-as években robbanásszerűen nőtt a halogén adalékos gépkocsi lámpák iránti kereslet. 1980 és 2000 között az AKSW technológia gyökeresen megújult. Ez a megállapítás egyaránt vonatkozik a porgyártásra, a szinterelésre és a termomechanikus alakításra [8].

Úgy tűnik, hogy minden nagy cég a halogén lámpákhoz igazított új technológiát saját erejéből fejlesztette ki. (Ez a munka hazánkban 1985 és 2001 között volt intenzív, ezután már csak halogén adalékos gázkisülő lámpák elektródjaival foglalkoztunk 2005-ig.) A nagy cégek technológiájának sajátos vonásai vannak, mert a gondos mérések a cégek huzal-jellemzőinek finom eltéréseit rendszeresen kimutatják.

Az utolsó 15 év legjellemzőbb változása az volt, hogy a diszperz kálium fázis adalékként többféle volfrám és molibdén alapú ötvözetben megjelent. A fejlesztés vastagabb huzalok és lemezek 2300 K alatti szilárdságának több tízezer órás üzemét vette célba. Ez a fejlesztés a diszperz fázisok (La_2O_3 , HfC, K) stabilitásának mélyebb feltárását igényli.

4. A II. TÉZIS ANYAGTUDOMÁNYI KÉRDÉSEI

A II. tézis újdonság-értéke szerintem a következő.

A II. tézist a ciklikus torziós alakítás vizsgálatának következő újdonság-értékére szeretném építeni. *A torziós ciklikus alakításról volfrám-alapú ötvözeteken előttem eddig csak egy cikk jelent meg (Szőkefalvi-Nagy 1977). Szőkefalvi-Nagy Scripta Metallurgica cikkének újdonság-értékét az adta, hogy az 1974-ben ajándékba kapott, W218 jelű, AKSW huzalokban ciklikus torzió hatására jelentős diszlokáció mozgást tudott kimutatni.*

A II. tézis újdonság értéke az, hogy alátámasztja a következő következtetést. A javított technológiával gyártott AKSW huzalokban az ellenkező előjelű diszlokációk rácsstorzulást csökkentő átrendeződése már olyan hatékony, hogy a szemcsehatárookra ható tépőfeszültség olyan mértékben csökken le, hogy a huzalok jelentősebb kumulatív ciklikus deformáció hatására sem repednek fel (Gaal és Bartha A2008). Lehet, hogy ennek hátterében a csökkent oxigénszint áll.

A II tézis következő megfogalmazását javasolom

A HV márkájú 205 μm -es huzalon nincs repedés csira $\Gamma=0.01$ plasztikus és anelasztikus amplitúdójú 500 csavarás után a 4.7 ábra szerint (Gaal és Bartha, A2008).

A HGK minőségű 340 μm -es huzalon a fenti paraméterek mellett a minta palástját mély repedések hálózata borítja a 4.8a ábra szerint (Gaal és Bartha, A2008).

Megjegyzés 1:

Az 1974-ben gyártott, W218 márkájú, 173 μm -es huzal a $\Gamma=0.0022$ amplitúdójú 100 csavarás után a 4.8b ábrán látható módon szakadt el. (Szőkefalvi-Nagy, 1977).

Megjegyzés 2:

A minták hőkezelése. (i) A HV minőségű 205 μm átmérőjű AKSW huzalok kettős hőkezelést kaptak. (1473 K, 10 perc, 10^{-4} mbar $\text{P}(\text{O}_2)$ nyomású vákuumkamrában, majd 2073 K, 30 perc, 10^{-10} mbar nyomású Auger kamrában). (ii) A HGK minőségű, 340 μm átmérőjű AKSW huzalok egy hőkezelést kaptak (1800 K, 30 perc, 10^{-6} mbar $\text{P}(\text{O}_2)$ maradéknomású vákuumkamrában.) Ebből a két mintafajtából 5 párhuzamos mérést végeztünk. (iii) 1974-es gyártású W218 márkájú huzal egy hőkezelést kapott (1800 K, 30 perc, 10^{-6} mbar $\text{P}(\text{O}_2)$ nyomású vákuumkamrában).

V. TÉZIS

A kálium zárványok stabilitását izotróp, 2 J/m^2 felületi szabadenergia esetében vizsgáltam. A zárványok 0.160 μm -es átmérő mellett 30 MPa háromtengelyű húzófeszültség eléréséig lennének stabilak. Az egytengelyű 30 MPa-os húzó igénybevétel esetén Burton (1986) modelljének paramétereit úgy választhatjuk meg, hogy a stabil zárványátmérő 0.08 vagy 0.05 μm legyen. A 0,08 μm -es mérethatár kísérleti eredmény, ha a kúszást alacsony oxigén-aktivitású atmoszférában vizsgáljuk (Zilberstein, 1998).

Az izotróp felületi szabadenergia eredete tisztázottnak tekinthető. A zárványok és a rács-diszlokációk kölcsönhatása erős. Ha a zárvány a diszlokációkat vonzza (K, HfC, La_2O_3), akkor a zárványhoz közeli diszlokációk határfelületi diszlokációk formájában körbefonják a zárványt és a feszültség viszonyok szerint vagy tovább haladnak, vagy a zárványon fennakadnak. (Erre az előadásban TEM felvételt mutatok.)

A Geguzin monográfiája (1973) részletesen tárgyalja a gázzal töltött pórusok egyensúlyi alakját azzal a feltételezéssel, hogy a poliéder alakú pórust $\{111\}$ és $\{100\}$ típusú

kristálytani síkok határolják. Geguzin kísérleti példát mutat arra, hogy a $0.2\text{ }\mu\text{m}$ átmérőjű pórusok gömbszerűek egy réz-fóliában, ha diszlokációkhoz csatlakoznak. Ha a hőkezelés hatására a diszlokáció sűrűség 10^8 cm/cm^3 alá csökken, akkor megfelelő kontraszt viszonyok mellett a TEM felvételeken poliéder-alakú pórusokat látunk. (Ezt az átalakulást az AKSW huzalok TEM felvételein is megfigyelték.)

Grilhe (1993) modell-számításokkal mutatta meg, hogy a kristálytani síkkal határolt egykristály a hullámos szabad felülettel szemben instabil, amikor a rácstorzulásból eredő feszültség elég alacsony hullámhosszal fluktuál az egykristályban.

A nagyfeloldású TEM felvételekkel kapcsolatban megjegyezem, hogy azok értelmezése számítástechnikailag sem könnyű feladat. Azt hiszem, hogy az atomi dinamikára épülő szimulációk jobb felvilágosítást adnak a felületek és a diszlokációk kölcsönhatásáról, mint a nagy felbontású TEM felvételek (Simonovski és Ciselj, 2011).

VI. tézis

A 7.2 ábra alsó SEM felvételén a huzal centrumában olyan töretmorfológia jelenik meg, amelynek értelmezése nem triviális. A Bíráló a VI tézis elfogadását ahhoz köti, hogy ennek a töretnek az értelmezését bevonatmentes AKSW huzalok töretének morfológiájával bizonyítsam. Tekintettel arra, hogy a 7.2 ábra törete szobahőmérsékleti szakítóvizsgálatban készült, nekem bevonatmentes AKSW huzalok azonos módszerrel készült töreteit kell bemutatnom. Mivel a 7.2 ábra centruma 1500 K -en 2 órás izzítást kapott, nyilván nekem is hőkezelt AKSW huzal töreteit kell prezentálnom.

A feladat megoldásánál abból indulnék ki, hogy az összes megfelelőnek minősített $390\text{ }\mu\text{m}$ és $173\text{ }\mu\text{m}$ közötti átmérőjű AKSW huzal mikroszerkezete az 1400 és 2000 K közötti izzítás során a kálium-zárványok szemcsehatárokat lehorgonyzó hatása miatt mikronos keresztmetszetű rostokból áll, ha az izzítás 10^{-6} mbar háttérnyomású vákuumban történik. Ez a stabil szerkezet már 30 perces izzítás alatt beáll, és a rostdurvulás hosszabb izzítás esetén is csekély. Mi $173\text{ }\mu\text{m}$ -es huzal 1800 K -es 1 órás izzítása után $1\text{ }\mu\text{m}$ radiális rostátmérőt kaptunk, és ez nem változott 1473 K -es 143 órás izzítás alatt sem 10% -nál nagyobb mértékben. **Ezeket a finom-rostos huzalokat szobahőmérsékleti szakítóvizsgálatban elszakítva az enyhén befűződő töret egymást váltó inter- és transzgranuláris hasadásokból áll.** Ilyen töretmorfológiát a szóbeli előadásban fogok bemutatni. Itt csak azt jegyzem meg, hogy ennek a töretnek ugyanolyan váltakozó inter- és intragranuláris hasadásokból álló morfológiája van, mint amit a 7.2 ábra alsó SEM felvételén a huzal centrumában látunk.

Végül azt jegyezném még meg, hogy az összehasonlításra kerülő mintákat mindig ugyanakkor a tekercsnek egy $2\text{--}3$ méteres szakaszából vágtuk ki. (Nem volt okunk arra, hogy ettől a mintavételezési módtól eltérjünk.)

A bírálat a kémiai diffúzió által gerjesztett mikroszerkezeti folyamatok részletesebb leírását kérte. A következő összefoglalás ezt a célt szolgálja. Előljáróban megjegyezem, hogyha más atmoszféra paramétert nem adok meg, akkor 10^{-7} mbar háttér-nyomású vákuumban végeztük az izzításokat.

A 7.1 ábra egy jellegzetes, korai selejtet mutat be. Értelmezésével nem foglalkoztam.

A 7.2 ábra alsó SEM felvétele a kémiai diffúzió által indukált rekrisztallizáció (CDIR) hatását mutatja be nikkel bevonatos, $173\text{ }\mu\text{m}$ -es, „as drawn” AKSW huzal 1500 K -es 2 órás izzításában kialakult mikroszerkezetének töretén (Gaal és Uray, A1993). ($15\text{ }\mu\text{m}$ vastag galvanikus nikkel bevonatot Lipták László a megtisztított felületű „as drawn” huzalra készítette.)

Mintánk „as drawn” állapotában a szubszemcsék szokásos módon mért radiális átmérője **$0.3\text{ }\mu\text{m}$** volt, míg a nagyszögű szemcsehatárok közötti átlagos radiális távolság **$1\text{ }\mu\text{m}$**

-re rúgott. A szemcsék longitudinális átmérője átlagosan $4\mu\text{m}$ volt (2.2 és 4.6 ábra, 4.1 táblázat). Az „as drawn” mintában a szemcsék átlagtérfogata **tehát kisebb volt $4\mu\text{m}^3$ -nél.**

Természetesen figyelembe kell venni azt is, hogy a nikkel-hatástól még nem érintett huzal-centrumban is felépül az 1400 és 2000 K között stabil finom-rostos szerkezet, például az 1500 K-es 2 órás hőkezelés alatt.

Az AKSW huzalok CDIR mintáit szakítóvizsgálatban szokás törni. A 7.2 ábra alsó SEM felvétele ilyen töreten mutatja be, hogy a CDIR reakciófront módjára halad a huzal palástjától a huzal középvonala felé. A front vastagsága a hőkezelési idő négyzetgyökével skálázik (v.ö. Kozma, Henig, Warren, 1985).

A palást és az éles reakciófront között poliédeses, $400\mu\text{m}^3$ feletti térfogatú szemcsék vannak. A CDIR hatására tehát a szubmikronos szerkezetet egy sokkal durvább szerkezet váltotta fel a huzal palástja és a reakciófront között. Ezt a szerkezetet rekrisztallizált szemcseszerkezetnek tekinthetjük. Azt látjuk tehát, hogy a CDIR legyőzte a diszperz kálium-fázis szemcsedurulást gátló hatását.

A huzal centruma és a reakciófront között a SEM felvétel váltakozó intra- és intergranuláris hasadások jellegzetes mikroszerkezetét tárja fel. Ez a törésmód a finomrostos szerkezetre jellemző. Ez a fraktogáfiai megállapítás összhangban van az Ni^{63} radioaktív nyomjelzővel adalékolt nikkel bevonattal lefolytatott CDIR vizsgálattal, amelyben a nyomjelző intenzitása ugrásszerűen esik le a reakciófront mentén (Kozma és mtsai, 1983).

Az értekezés újdonsága, hogy a kémiai diffúzió által gerjesztett jelenségek vizsgálatát az AKSW huzalok nagyszemcsésen rekrisztallizált szerkezetére is kiterjeszti.

A 7.3 ábra a szabályszerűen előállított, nagykristályos, $173\mu\text{m}$ -es, AKSW huzalra szobahőmérsékleten felvitt **nikkel bevonat** hatását mutatja 1500 K-en, száraz hidrogénben végzett, átmenő áramú izzítás után. A SEM felvétel a nagyszemcsés szerkezet szemcsehatár-töretén mutatja be a poliédeses „óriás-üregeket”. Ilyen morfológiát a bevonatmentes huzalok szemcsehatárain nem találtunk (Gaal, A1989; Gaal és Uray, A1993).

A 7.4 ábra a **szilícium bevonat** hatását mutatja be. (Az ábra a 79. oldal alsó ábrája, leírása a 80. oldalon van.) Lipták László először a nominálisan tiszta felületű „as drawn” huzalra készített Si bevonatot, majd 2 órás CDIR izzítást alkalmazott 1800 K-en. Ezután a maradék **Si bevonatot** lemarta, majd a huzalt 3100 K-en hőkezelt 10 percig. A SEM felvétel egy, a huzalt kitöltő szemcse felrepedt határfelületén mutatja be a 3100 K-en keletkezett gömbös jelegű üregeket. Az üreg-morfológia itt is eltér a bevonatmentes AKSW huzalok üregeinek szokásos morfológiájától (Gaal, A1989; Gaal és Uray, A1993).

A 7.3 és a 7.4 ábra SEM felvételein bemutatott két morfológia eltérése markáns. Ez a markáns eltérés a hőkezelési paraméterek és a bevonat kémiai természetének markáns, szinergikus hatását mutatja. A hatások modellezése kívül esik az értekezés volumenén (v. ö VI. tézis)

Természetesen a Si és Ni szegregáció az üregek felületi feszültségére és a felület menti öndiffúzióra is markáns hatással van, de az üregek mozgása, ütközése és térfogat változása belső feszültségek hatására történik. (A belső feszültség a diszlokációk mellett eredhet a hőmérséklet és az oldott anyag koncentráció gradiensétől, valamint a kapilláris hatásoktól.) Mivel ezek a feszültség források erős kölcsönhatásban állnak egymással, hasznos

a hajtóerőt a rácstorzulásokra visszavezetni. (Ebben az összefüggésben a rácstorzulást és a belső feszültséget célszerű szinonimának tekinteni.) A mikronos és szubmikronos zárványok mozgását Geguzin és Krivogláz (1973) angolra is lefordított könyve számos felvétellel illusztrálja. Kúszási kavitáció üregszerkezetét bevonatmentes AKSW huzalokon a szóbeli előadásban mutatom majd be.

Budapest, 2014. március 17

Gaal István
a fizikai tudományok kandidátusa

Az értekezésben nem szereplő hivatkozások.

Geguzin Ya. Krivoglaz M.A. (1973) Migration of Macroscopic Inclusions in Solids Consultants Bureau, New York, London

Geguzin Ya. (1973) Physik des Sinterns VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie. Leipzig

Hidai A., Minegishi K., Terashima K., Saikawa H. (1985) Proc. of the 11th Int. Plansee Seminar, Reutte/Tirol pp. 91-117

Kozma L., Gaal I., Bartha L. (1983) DIMETA Diffusion in Metals and Alloys. Diffusion and Defect Monograph Series No. 7 Trans. Tech. Publications USA pp. 597-600

Harmat P., Bartha L., Grósz T. (2002) Int. J. of Refractor Metals & Hard Materials 20 pp. 295-299

Slatykov S.A.: (1973) Stereometrische Metallorgraphie, VEB Deutscher Verlag Grundstoffindustrie, Leipzig p 311-329

Warren A., Nylund A., Olefjord I.: (1996) Int. J. of Refractory & Hard Materials 14, 345-353